19日本国特許庁(JP)

10 特許出願公開

## 母 公 開 特 許 公·報 (A)

昭60-243199

Olnt Cl 4

急別記号

庁内整理番号

母公開 昭和60年(1985)12月3日

C 11 D 17/08 3/20

3/37

6660-4H 6660-4H

6660-4H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

❷発明の名称

分離型液体洗净剂組成物

顧 昭59-97450 ②特

願 昭59(1984)5月17日 田田

**伊発 明** 者 太  $\mathbf{H}$ 砂発 明 老 Ш

滅 — 広 俊

千葉市みつわ台3丁目2棟203号 千葉市高洲2-8-9-1108

眀 @発 者 賃 博 ライオン株式会社 の出 願 人

習志野市本大久保3丁目14番2号

郊代 理 人 弁理士 阿 形 東京都墨田区本所1丁目3番7号

明

- 1. 強明の名称 分雕型液体洗净剂组成物
- 2. 特許請求の範囲
  - 1 (A)アニオン性界面活性耐及びノニオン性界 面活性剤の中から選ばれた少なくとも1種の界面 活性剤と、(B)カルポキシル化合物とを含有して 成62層分離型液体洗净剂组成物。
  - 2 カルポキシル化合物が有限カルポン酸、アミ ノカルボン酸、カルボキシル基を有する水溶性高 分子化合物及びこれらの塩の中から選ばれた少な くとも1種である特許請求の範囲第1項主転の単 皮物。
  - 3 界面活性剤及びカルボキシル化合物の含有量 がそれぞれ洗浄剤組成物の重量に基づき、10~ 50重量%及び2~30重量%である特許研求の 範囲第1項又は第2項記載の組成物。
- 3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本見明は2個分離型設体洗浄剤組成物、さらに

詳しくいえば、優れた佐浄性能を有し、かつ碀筐 した状態で界面活性別を主とする層とカルボキシ ル基を有する化合物を主とする層との2層に分離 した保存安定性の優れた液体洗浄剤組成物に関す るものである。

#### 従来の技術

従来、シャンプーや化粧料などにおいては、含 有成分の保存安定性を高めるために、辞置した状 態では、それぞれの皮分が混合しないように2層 に分離しうる、いわゆる分離型のものが開発され ている。例えば2-エチルヘキシル酸の低級アル コールエステル(特公昭51-133号公報)、オ リーブ油やスクアラン(特風昭43-53007 号公報、 舒開昭 4 8 - 1 0 3 6 0 9 号公報)、 流 動パラフィン、アーモンド油などの動植物油やパ ラフィン(特別昭54-25906号公報)のよう な油状効質を分離させ、その成分の保存安定性を **高める方法が開示されている。これらの分類型組** 成強は、使用時には軽く匿とうし、2層を混合し て用いる。

特別昭60-243199 (2)

本発明者らは、このような事材に鑑み、優れた 沈浄性能を有し、かつ美屋に2層分離して成分の 保存安定性を高める液体洗浄剤組成物を提供すべ く災産研究を重ねた結果、本発明を完成するに至っ た

関係点を解決するための手段

すなわち、本発明は、(A)アニオン性界面活性 剤及びノニオン性界面活性剤の中から選ばれた少 なくとも1段の界面活性制と、(B)カルボキシル 化合物とも含有して成る2層分離型液体洗浄剤組 成物を提供するものである。

本発明の洗浄剤組成物において、(A)成分とし て用いる界面活性剤はアニオン性岩面活性剤、ノ ニオン性界面活性剤であって、アニオン性界面活 性剤としては、通常のスルホネート系、サルフェ ート承、ホスフェート来のアニオン性界面活性剤 が使用される。これらのアニオン性界面活性剤の 中でスル±ネート系アニオン性界面活性剤として は、例えば直鎖又は分枝餡アルキル(C<sub>1</sub>~C<sub>23</sub>) ペンセンスルホン酸塩、艮鋲アルキル(Co~Czz) スルホン酸塩、長額オレフィン(Ca~C=z)スル ホン酸塩などが挙げられる。 またサルフェート 系 アニオン性界面活性剤としては、例えば長鎖モノ アルキル(C。- С12)硫酸エステル塩、ポリオキ シェチレン(1~6モル)長鑷アルキル(Ce~Cii) エーテル複雑エステル塩、ポリオキシエチレン(1 ~ 6 モ·ル) アルキル( C " ~ C , " ) フェニルエーテル 政盤エステル塩などが挙げられ、またホスフェー

ト系アニオン性界面活性剤としては、例えば長級モノアルキル、ジアルキル又はセスキ(各アルキル基の炭素数は8<sup>2</sup> 22である)リン酸塩、ポリオキシエチレン(1~6モル)モノアルキル、ジアルキル又はセスキ(各アルキル基の炭素数が6~22である)リン酸塩などが挙げられる。これらのアニオン性界面活性剤の対イオンとしての隔イオンは、例えばナトリワム、カリワム、マグキシウムなどのアルカリ又はアルカリ土殖金属イオン、ナノエタノールアミンなどのアルカノールアミンイオンなどである。

ノニオン性界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレン(1~20モル)及質アルキル(第一 

及又は第二級C。~C。。)エーテル、ポリオキシエチレン(1~20モル)アルキル(C。~C。。)フェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシブロピレンブロックコポリマー、ポリオキシエナレン高級脂肪酸エステルなどのオキシアルキレン付加化合物、高級脂肪酸アルカノールアミド又はそ

のアルキレンオキサイド付加物、豆類型第三級ア ミンオキシド(C.z-14)などが挙げられる。

これらの界面活性別はそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせて用いてもよい。特に好ましい配合量は、洗浄別組成物の重量基準で10~50重量%、そらに好ましくは20~30重量%の範囲である。

本発明組成物における(B)放力ルル 放及びれた (B)放力ルボスクののかと (B)放力ルボスクののかな クリルボスクののかな クリルボスク (B) 放送 (C) が (C) が

预网略60-243199(3)

ルタミン、システイン、リジン、チロシンなどの 脂肪炭や芳香炭アミノ酸及びこれらの塩、あるい はエチレンジアミンテトラ酢酸やニトリロトリ酢 酸及びこれらの塩などが挙げられる。また、木沼 性面分子化合物及びその塩としては、例えばアク リル酸、ヒドロキシアクリル酸などの重合物及び これらの塩が挙げられる。

これらの化合物はそれぞれ単独で用いてもよい し、2種以上組み合わせて用いてもよい。その好 ましい配合量としては、洗浄剤組成物の重量基準 で2~30単量%の範囲である。

これらのカルボキシル基を有する化合物の中で、 特に好ましいものは、カルボキシル基が1個の場合はアミノ基1以上又はヒドロキシル基2以上で、かつ炭素数2以上、カルボキシル基が2個以上の場合は炭素数3以上の有機カルボン酸、アミノカルボン酸、水溶性函分子化合物及びこれらの塩の中から選ばれた1種又は2種以上の混合物である。

さらに、本発明の洗浄剤組皮物には、南記の必 類成分以外に、所望に応じ、粘度調節や、安定性、 性能、商品価値なども高めるために、例えばエタ ノール、ポリエチレングリコール、低級スルネン 化物などのハイドロトロープ、カチオン性界面活 性別や画性界面活性別、上層又は下層を潜色する ための色素、香料などを配合することができる。 発明の効果

本発明の2層分離型液体洗浄剤組成物は、洗浄性能に優れ、かつ砂盤状態で美麗に2層に分離し うるので、成分の保存安定性にも優れている。 写版例

次に実施例によって本ி明を含らに詳細に説明 オス

なお、組成物の性能は次のようにして評価した。

#### (1) 分歷性

組成物を25-30℃で十分かきませたのち、 函配し、2層に分離する状態を目視で次の判定基準に従って評価する。

〇:上、下層ともに透明に分離

Δ : 上、下層に分離するが透明性が少ない

x:上下層に分離するが自過するか、又は分

#### 難しない

#### (2) 混合性

120ml音のガラスピンに組成物100mlを採取し、24時間砂蔵後、10回転倒をせた場合の 状盤を目視で次の判定基準に従って評価する。

〇 : 均一な乳面果となる場合

🗴 : 均一な乳濁果とならない場合

## (3) 保存安定性

120xl容のガラスピンに組成物100xlを分取し、25℃で12時間存置後、凍站(-10℃、12時間)したのち復元(5℃、12時間)する操作を1サイクルとし、6サイクルくり返して5℃における状態を目視で次の判定基準に従って評価した。

〇 : 上、下層とも透明である

× : 上、下層いずれかが不透明か、又は沈澱 が生じる

## **実施网、比较例**

次表に示すような組成を有する避休洗浄剤組成 物を調型し、分離性、混合性及び保存安定性を評 価した。それらの結果を該表に示す。

預問報60-243199(4)

| . 3        | ·          |          |      |        |           |          |          |  |          | -            |              | it.        |              | 5                | ;                |                | SH FR  |                                      |              |  |          |  |          |                |           |
|------------|------------|----------|------|--------|-----------|----------|----------|--|----------|--------------|--------------|------------|--------------|------------------|------------------|----------------|--|--------------------------------------|--------------|--|----------|--|----------|----------------|-----------|
| <b>~</b> ≢ | 例          |          |      |        | <u> </u>  |          |          | _ E  | _        | _            | <del>9</del> |            |              | 12 13 14         |                  |                |  |                                      | 18           |  |          | 21 22  |          | 23 24          |           |
| i i        | 16         | 1        | - 1. | 3      |           | _        | 6        | 7  | 8        | 9            |              |            |              | 13               | **               |                | _  | • 1                                  |              | 20   | 20       |  | 5        |                | 60        |
| 1          | ノニオン(A)    | 10       | 50 2 | 20     | 20        |          |          | 25   | 25       | 25           | 25           | 35         | ب د          |                  |                  | 20             |  | -                                    |              |  |          | 10   |          | 20             |           |
| 菠          | ノニオン(B)    |          |      |        | _         | 10       | 20       |  | <u> </u> | _            | $\vdash$     |            | —            | 10               |                  | _              |  | 1                                    | $\neg$       |  |          |  |          |                | [ ]       |
| _          | ノニオン(C)    |          |      | _ ↓    | 1         |          |          | l_   |          | ٰـــا        | _            | اجا        |              | 10               |                  |                |  | $\vdash$                             |              |  |          | _  |          |                |           |
| 77         | /= * > (D) |          |      | $\Box$ |           |          |          | 12   | 2        | 2            | 2            | 2          | 2_           | H                | 15               | 4              | 4  | 4                                    | 4            | 4  | 4        | 20   | Γ_       | Γ              | $\Box$    |
| ••         | アニオン(A)    |          |      | 4      | 4         |          | _2_      | <u> </u>                                     | Ь—       | <del> </del> | <u> </u>     |            | _            | ZD               | 15               | •              | <del>                                     </del> |                                      |              |  | -        | 1  |          |                | $\Box$    |
| Ħ          | 7.= オン(B)  | · [      |      | ┙      |           | 4        | _,_      | ـــــ  | <u> </u> | L_           | <u> </u>     | $\sqcup$   | _            | 20               | 13               | 4              | 4  | 4                                    | -4           | 4  | 4        | <del>                                     </del> | 1        | <u> </u>       |           |
| ~,         | カテオン(A)    |          |      | 4      |           | 4        |          | <u> </u>                                     | <b>!</b> | ╙            | ₩.           |            | _            | <u> </u>         |                  | -              | +-   | ۳                                    | -            | <del>                                     </del> | ۱÷       | <del>                                     </del> | ╁        |                |           |
| H          | カチオン(B)    |          |      |        | 1         |          |          | 14   | 4        | 4            | 4            | 4          | 4            | ⊢                | <b>├</b>         |                |  | -                                    |              | _  | 20       | 1  | 1        | $\vdash$       | $\vdash$  |
| <b></b>    | シュワスソーダ    |          |      |        |           |          |          | <u> </u>                                     | <u> </u> | _            | <u> </u>     |            | L-           | —                | <b>└</b>         | -              | ┡  | ┈                                    | _            |  | -        | +  | $\vdash$ | $\vdash$       | $\vdash$  |
| 盘          | マロン独ソーダ    | 30       |      |        |           |          |          |  |          | ļ            | <u> </u>     | <u> </u>   | ļ_           | ├                | ļ                | -              | ├─   | -                                    | _            | $\vdash$   | ├-       | -  | 1-       | +              | 1-        |
|            | アジヒンはソーダ   | $\Box$   |      |        |           |          |          | 10   | ᅵ -      | 辶            | <u> </u>     | <b>↓</b>   | <u> </u>     | ├-               | <del> </del>     | ├-             | ├-   | ┢╌                                   | <del> </del> | -  | ╁        | 十-   | 1        | $\vdash$       | $\dagger$ |
| 125        | リンゴロソーゲ    | $\Box$   | - T  |        |           |          |          |  | 10       | <del></del>  | $\perp$      | <u> </u>   | <u> </u>     | ┖                | <del> </del>     | ┝              | -  | ├-                                   | -            |  | ╁        | ┿  | ┤─       | ${}^{\dagger}$ | †-        |
|            | 西ではソーダ     |          |      |        |           |          |          | 1  | <u> </u> | 10           | <u> </u>     | <b>⊢</b> - |              | <del>  _</del> - | <del>  -</del> - | <del> </del>   | ╀  | -                                    | ┝            | +-   | ╁        | 17   | 10       | 40             | 120       |
| n          | クエンセソーダ    |          |      | 7      |           | 3        | L        | _  | 1_       | ļ            | <del> </del> | ļ          | ┡            | 5                | 5                | -              | ├-   | +                                    | ├            | 1  | $\vdash$ | †÷   | +        | +              | 1         |
| ,          | ブリシン       |          |      |        |           |          |          | _  | 上        | <u> </u>     | 10           | —ا،        | ┞-           | ↓                | -                | ├-             | ╀  | ┼                                    | ├-           | -  | ╁╾       | +  | +-       | $\dagger$      | +-        |
| 虚          | ブルタミンはソーダ  |          |      |        |           | 匚        | L        | .  | 1_       | <u></u>      | <b>1</b> —   | 10         | <u> </u>     |                  | +-               | ├              | -  | ╀─                                   | $\vdash$     | +-   | $\vdash$ | +-   | 1        | 1              | $\top$    |
| _          | EDTAY-9    |          |      |        | 2         |          | ↓.       |  | 1        | ↓_           | ╄            | ╄.         | ╄-           | 5                | 15               | ┼              | ┼╾   | ╁                                    | ╁            | 1.   | +-       | $\top$   | 1-       |                |           |
| ₽          | NTAY-9     | 1        |      |        | <u> </u>  |          | 3        | 1_   |          | ↓_           | ┵            | ــــ       | ╁-           | 13               | 13               | <del> </del> − | +  | ╂-                                   | ╁            | +-   | 十        | +  | 1        | 1              | 1         |
| ~          | エリアクリルセソーダ |          | 2    |        |           | 2        | <u> </u> | 1  | ↓_       | -            | -            | <b>↓</b>   | ١.,          | +-               | ┼-               | ⊢              | ╁  | +-                                   | +            | +-   | +-       | +  | 1        | T              | 1         |
| 粗          | プレコンセリーダ   | 1        |      |        |           | L        | Ľ        | ╀-   | 4        | ╀            | ᅪ            | <b>↓</b>   | 10           | ╁─               | +-               | ╁              | ╁  | 十                                    | 十            | 20   | 1        | 1-   | $\top$   |                | $\neg$    |
| -          | カナーンエリータ   |          |      |        | L         |          | <u> </u> | 4—   | 4        | 4-           | +            |            | ┼            | +-               | ┿                | +-             | ╀╌   | ┼~                                   | ZO           | +-   | +        | 1  | 1        | 1              | 1         |
| . ቋ≵       | 乳腔ソーダ      |          |      |        |           | <u> </u> | ┺        | —  | 4        | 4—           | —            |            | ┼            | +-               | ╁                | +-             | +-   | 20                                   | -            | +-   | 1        |  | 1        | $\top$         | $\top$    |
| '~         | 酢酸ソーダ      |          |      | L      | <u>L.</u> | 1_       | 1_       |  | ֈ        |              | -            | ┰          | +            | ┼-               |                  | +-             | 20   | +=-                                  | t            | 1-   | 1        | 1  | ٦        | 1              | $\top$    |
| <u>£</u>   | 塩化ナトリワム    | $\Gamma$ |      |        | }_        | 上        | 1_       |  | $\bot$   | $\bot$       | +-           | —          | ┼            | +                | +                | 4              | +  | +-                                   | 1            | +-   | +-       | $\top$   | 1        | $\top$         | +         |
| 1          | 正度ナトリワム    | $\perp$  |      |        | <u> </u>  | 乚        | $\bot$   | 4  | 4        | 1            | +-           | +-         | +-           | 17               | 7                | 1 4            | _  | 4                                    | 4            | 14   | 1.4      | 6  | 0        | 1              | 5         |
| %          | エタノール      | 2        | 8    | 3_     | 2         | 3        | 14       | 5  | 5        |              |              |            |              | 14               | ナ                | 14             |  |                                      | <u></u>      |  |          |  |          |                | >         |
| ت ا        | *          |          | 4    | _      |           | _        | _        |  |          | - ~          |              |            | <del>7</del> |                  |                  | Δ              | _  |                                      | ٦×           | Ι×   | 14       | \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \            | $\Box$   | 1 4            | Δ         |
| 77         | 分胜性        | 10       | 0    | 0      | Q         |          |          |  | C        | <u> </u>     | JČ           | ΠÖ         | علا          | 45               |                  |                |  | -                                    | †î           | † <del>-</del>                                   | . 6      | -  |          | -              |           |
| "          | 混合生        | 0        | 0    | 0      | 0         | _        |          |  |          | C            |              |            |              | 10               |                  | _              | <del></del>                                      | _                                    | +=           | +  | 15       | _  | - 1 -    | - 13           | 7 X       |
| - 65       | 安定性        | 10       | 0    | 0      | 0         | 0        |          | <u>)                                    </u> |          | <u>) [</u>   |              | 0          |              |                  |                  | 1.             | ثـــــــــــــــــــــــــــــــــــــ           | ــــــــــــــــــــــــــــــــــــ |              |  |          |  |          |                |           |

## 手統補正書

夏 昭和59年6月15日

特許庁長官 看 杉 和 夫 股

1. 事件の表示

昭和59年特許顧與97450号

2. 発明の名称

分胜型液体洗净剂组成物

3. 強正をする者

画件との関係 特許出顧人 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ラ イ オ ン 様 式 会 社 代表者 小林 敦

4. 代 型 人。

東京都港区新廣2丁目2番2号川志満・邦居ビル8階 (7182)弁理士 阿 形 明 伊河子 電話(591)9910番 印明士

- 5. 補正命令の日付 自 発
- 6. 補正により増加する発明の数 0
- 7. 報正の対象 明報書の発明の詳重な説明の提

## B.補正の内容

(1) 明細書第10ページ第4行目「それらの結果を放表に示す。」の後に改行して以下の文章を加入します。

「なか、表中

ノニオン(A):ポリオキシエチレンブルキルエー テル(Rコ Cizwii 、 BOp=15、 直銀本B 0 9 )

ノニオン(B) まポリオキシエチレンアルキルエー テル(R二 C 12、E0p=12、 直 銀客4 0 多)

ノニオン(0):ヤシ脂肪酸ジエタノールアミド ノニオン(0):モノドデシルジメチルアミンオギ シド

アニオン(A):直鎖アルキルペンゼンスルホン酸 ナトリウム(R= cα)

アニオン(B);ポリオキシエチレンアルキルエー テル保留ナトリワム(R二C12~17、 ROp=3)

特別昭GU-243199(5)

カチオン(A):モノアルキルトリメチルアンモニ ウムクロライド ( R = C<sub>14~14</sub> ) カチオン(3):ジアルキルジメチルアンモニウム 10511(R=C1.~1.)

を表わす。」

#### "TRANSLATION FROM JAPANESE"

# Japanese Patent Office (JP) LAID OPEN PATENT GAZETTE (A)

Laid Open Patent Application No. \$60-243199 Laid Open 3 December 1985

Int.Cl.4 C 11 D 17/08

3/20

3/37

Identification Code

Internal Office Filing Nos 6660-4H

6660-4H

6660-4H

Examination Request

Not requested

Number of inventions

(Total of 5 pages [in the Japanese])

Title of the invention Separated liquid cleansing agent composition

1

Patent Application No.

S59-97450

Application date

17 May 1984

Inventor

Y. Ota

3-2-203 Mitsuwadai, Chiba-shi

Inventor

H. Ushiyama

a ·

2-8-9-1108 Takasu, Chiba-shi

Inventor

N. Mori

3-14-2 Honokubo, Narashino-shi

**Applicant** 

Lion K.K.

1-3-7 Honjo, Sumida-ku, Tokyo-to

Agent

Patent Attorney A. Agata

## Specification

#### 1. Title of the invention

Separated liquid cleansing agent composition

## 5 2. Scope of the patent claims

- 1. Two-layer separated liquid cleansing composition comprising (A) at least one type of surfactant chosen from anionic surfactants and nonionic surfactants, and (B) carboxyl compound.
- Composition according to Claim 1, where the carboxyl compound is at
   least one chosen from aminocarboxylic acids, carboxyl group-containing water-soluble macromolecular compounds and salts thereof.
  - 3. Composition according to Claim 1 or 2, where the surfactant and carboxyl compound contents are from 10 to 50 % by weight and from 2 to 30 % by weight, respectively, based on the weight of the cleansing composition.

## 3. Detailed description of the invention

#### Field of industrial use

The present invention relates to a two-layer separated liquid cleansing composition, more specifically, it relates to a liquid cleansing composition of excellent storage stability which, when left standing, separates into two layers, that is, a layer comprising mainly surfactant and a layer comprising mainly carboxyl group-containing compound, and which has excellent cleansing properties.

#### 25 Prior art

15

20

30

35

40

Conventionally, shampoos, cosmetics and the like in which the component can separate on standing into two layers so that it seems that said components do not mix, referred to as "separated" systems, have been developed to improve the storage stability of the components. For example, disclosed methods for improving the storage stability of components involve the separation of oily substances such as higher alcohol esters of 2-ethylhexanoic acid (Japanese Examined Patent Publication No. S51-183), olive oil and squalene (Japanese Unexamined Patent Application Nos S48-58007 and S48-103609), liquid paraffin, almond oil and the like. The two layers in the separated compositions are mixed by light shaking at the time of use.

However, there are as yet hardly any cleansing compositions for clothes or for kitchen use wherein two layers separate in order to improve the storage stability of the components, and which have excellent cleansing properties. The abovementioned compositions comprising oily substance and anionic or nonionic surfactant do separate into two layers, but although said oily substance

- 2 -

provides the oily component required by skin and hair and bestows lustre and moisture when using shampoos or cosmetics, in the case of cleansing agents for clothes and kitchen use, it acts as a type of contamination and lowers cleaning performance, and so it cannot be used in the same way.

5

10

15

20

25

30

35

## Problems to be overcome by the invention

In view of this situation, the present inventors perfected the present invention as a result of diligent research into providing a liquid cleansing composition which has excellent cleansing properties and in which the storage stability of the components is improved by a beautiful separation into two layers.

## Means of overcoming the problems

Specifically, the present invention provides a two-layer separated liquid cleansing composition comprising (A) at least one type of surfactant chosen from anionic surfactants and nonionic surfactants, and (B) carboxyl compound.

In the cleansing agent composition of the present invention, the surfactant used as component (A) is an anionic surfactant or a nonionic surfactant, and common sulphonate-based, sulphate-based and phosphate-based anionic surfactants can be used. Examples of such sulphonate-based anionic surfactants include linear or branched alkyl (C<sub>8</sub>-C<sub>23</sub>)benzenesulphonates, long chain alkyl (C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>)sulphonates, long chain olefin (C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>)sulphonates and the like. Examples of sulphate-based anionic surfactants include long chain monoalkyl (C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>)sulphate ester salts, polyoxyethylene (1-6 mol) long chain alkyl (C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>)ether sulphate ester salts, polyoxyethylene (1-6 mol) alkyl (C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)phenyl ether stilphate ester salts and the like, and examples of phosphate-based anionic surfactants include long chain monoalkyl, dialkyl or sesqui- (the number of carbon atoms per alkyl group is from 8 to 22) phosphates, polyoxyethylenc (1-6 mol) monoalkyl, dialkyl or sesqui- (the number of carbon atoms per alkyl group is from 8 to 22) phosphates and the like. Examples of cations which act as counterions to these anionic surfactants include ions of alkali or alkaline earth metals such as sodium, potassium and magnesium, and alkanolamine ions of monoethanolamine, diethanolamine, triethanolamine and the like.

Examples of nonionic surfactants include polyoxyethylene (1-20 mol) long chain alkyl (primary or secondary  $C_8$ - $C_{22}$ ) ethers, polyoxyethylene (1-20 mol) alkyl ( $C_8$ - $C_{18}$ )phenyl ethers, polyoxyethylene polyoxypropylene block copolymers, polyoxyethylene higher fatty acid esters and other such oxyalkylene adduct compounds, higher fatty acid alkanolamides or alkylene oxide adducts thereof and long chain tertiary amine oxides ( $C_{12-14}$ ).

5

10

15

20

25

30

35

These surfactants may be used individually, or two or more may be used in combination. The amount used is particularly preferably from 10 to 50 % by weight, yet more preferably from 20 to 30 % by weight based on the weight of the cleansing composition.

Organic carboxylic acids and salts thereof, aminocarboxylic acids and salts thereof, water-soluble macromolecular compounds (and salts thereof) comprising polymers of monomers containing carboxyl groups such as acrylic acid, and the like, can be used as the carboxyl compound component (B) in the composition of the present invention. Examples of organic carboxylic acids and salts thereof include polyvalent carboxylic acids such as malonic acid, succinic acid, fumaric, itaconic acid and adipic acid, hydroxy-polyvalent carboxylic acids and hydroxycarboxylic acids such as malic acid, tartaric acid, citric acid and α-oxyglutaric acid, and salts thereof. Examples of aminocarboxylic acids and salts thereof include glycine, leucine, serine, aspartic acid, glutamic acid, glutamine, cysteine, lysine, tyrosine and other such aliphatic and aromatic amino acids, and salts thereof, and ethylenediaminetetraacetic acid and nitrilotriacetic acid, and salts thereof. Also, examples of water-soluble macromolecular compounds and salts thereof include polymers of acrylic acid, hydroxyacrylic acid and the like, and salts thereof.

These compounds may be used individually, or two or more may be used in combination. It is preferable to use from 2 to 30 % by weight based on the weight of the cleansing agent composition.

Of these carboxyl group-containing compounds, particularly preferable compounds having one carboxyl group have one or more amino group or two or more hydroxyl groups and two or more carbon atoms, and particularly preferable compounds having two or more carboxyl groups are three or more carbon atom-containing organic carboxylic acids, aminocarboxylic acids, water-soluble macromolecular compounds or salts thereof, and one or a mixture of two or more can be used.

Besides the abovementioned indispensable components, cleansing agent compositions of the present invention can also contain, for example, hydrotropes such as lower sulphonated compounds, polyethylene glycol and ethanol, cationic surfactants and amphoteric surfactants, colorants for colouring the upper layer or the lower layer, perfumes and the like, to control viscosity and improve the stability, performance and commercial value of the product.

- 4 -

## Advantages of the invention

The two-layer scparated liquid cleansing composition of the present invention has excellent cleansing properties and can separate beautifully into two layers on standing, and so the storage stability of the component is also excellent.

5

10

15

## Working Examples

The present invention is described in more detail below by means of Working Examples.

It should be noted that the properties of the compositions were appraised as follows:

## (1) Separation properties

The composition was mixed thoroughly at from 25 to 30°C then left to stand, then the two-layer separation was appraised visually using the following appraisal standards.

O: upper and lower layer both transparent and separated

Δ: upper and lower layer separated but little transparency

x: either the upper and lower layers are separated but cloudy, or there is no separation

20

## (2) Miscibility

100 ml of composition were taken in a I20 ml capacity glass bottle and left to stand for 24 h, then the bottle was inverted ten times and the state of the composition was appraised visually according to the following appraisal standards.

25 O: Siniform emulsion obtained

x: uniform emulsion not obtained

### (3) Storage stability

100 ml of composition were introduced into a 120 ml capacity glass
30 bottle and left standing for 12 h at 25°C, then frozen (-10°C, 12 h) then restored to
normal conditions (5°C, >12 h) and this operation was taken as one cycle; the cycle
was repeated 8 times, then the state at 5°C was appraised visually using the
following appraisal standards.

O: both upper and lower layer transparent

35 x: either the upper or lower layer opaque, or sedimentation

## Working Examples, Comparative Examples

Liquid cleansing agent compositions having the compositions shown in the following Table were prepared, and their separation, miscibility and storage properties were praised. The results are shown in said Table.

5 Key to Table

First column heading divided into two:

1st box = Example

2nd box = No.

Second column heading = Working Examples

10 Third column heading = Comparative Examples

First column, first box = Cleansing agent composition components (% by weight)

Underneath that = Appraisal

Second column, is as follows

Nonionic (A)

15 Nonionic (B)

Nonionic (C)

Nonionic (D)

Anionic (A)

Anionic (B)

20 Cationic (A)

Cationic (B)

Soda oxalate

Soda malonate

Soda adipate

25 Soda malate

Soda tartrate

Soda citrate

Glycine

Soda glutamate

30 Soda EDTA

Soda NTA

Soda polyacrylate

Soda gluconate

Soda capronate

35 Soda lactate

Soda acetate

Sodium chloride

Sodium sulphate

Ethanol

- 6 <del>-</del>

Water
Box to the right of water, centred = Balance
Under "water" the Table continues with
Separation

5 Miscibility .
Stability

-1-

#### Procedural Amendment Form

15 June 1984

T.Wakasugi Director General of the Patent Office 5 Indication of the case 1. Patent Application No. 97450 of 1984 Title of the invention 2. Separated liquid cleansing agent composition 10 3. Person making the amendment Relation to the case Patent Applicant Lion K.K. 1-3-7 Honjo Sumida-ku, Tokyo-to 15 A. Kobayashi Representative Agent (7182) Patent Attorney A. Agata 4. 8th Floor, Kawashimitsu-Hoshin Bldg., 2-2-2 Shinbashi, Minato-ku, Tokyo-to Tel. (591)9910 [stamp] 20. Date of the amendment order Voluntary 5. Increase to the number of inventions according to the amendment 0 6. The "detailed description of the invention" 7. Subject of the amendment section of the specification 25 Details of the amendments 8. (1) Insert the following section after "the results are shown in said Table." on line 4, p. 10 of the specification. "It should be noted that in the Table Nonioinic (A): polyoxyethylene alkyl ether (R =  $C_{12-13}$ ,  $EO_p = 15$ , 80 % linear) 30

Nonionic (A): polyoxyethylene alkyl ether (R = C<sub>13</sub>, EO<sub>p</sub> = 12, 40 % linear)

Nonionic (C): coconut fatty acid dicthanolamide

Nonionic (D): nonadecyldimethylamine oxide

Anionic (A): linear sodium alkylbenzenesulphonate (R = C<sub>12</sub>)

35 Anionic (B): sodium polyoxyethylene alkyl ether sulphate (R = C<sub>12-13</sub>, EO<sub>p</sub> = 3)

Cationic (A): monoalkyltrimethylammonium chloride (R = C<sub>16-18</sub>)

Cationic (B): dialkyldimethylammonium chloride (R = C<sub>16-18</sub>)".

## **Translator's Report/Comments**

Your ref: Order No 181 JP60-243199-A) Your order of (date): 30/09/99

In translating the above text we have noted the following apparent errors/unclear passages which we have corrected or amended:

| Page/para/line* | Comment  |
|-----------------|--|
|                 | Japanese proper nouns have several possible readings. Common readings have been chosen throughout. |
| Table.          | The terms "soda oxalate, soda malonate", etc., reflect the Japanese.                               |
|                 |  |
|                 |  |
|                 |  |
|                 |  |
|                 |  |

This identification refers to the source text. Please note that the first paragraph is taken to be, where relevant, the end portion of a paragraph starting on the preceding page. Where the paragraph is stated, the line number relates to the paragraph. Where no paragraph is stated, the line number refers to the page margin line number.